

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number : 04-065327
(43) Date of publication of application : 02.03.1992

(51) Int. Cl. C03B 37/016
C03B 37/027
C03C 13/04
// G02B 6/00

(21) Application number : 02-172596 (71) Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD
(22) Date of filing : 02.07.1990 (72) Inventor : ITO MASUMI
YOKOTA HIROSHI

(54) PRODUCTION OF OPTICAL QUARTZ FIBER WITH TI DOPED LAYER

(57) Abstract:

PURPOSE: To easily obtain a high strength optical quartz fiber with a Ti doped layer by heating a preform for an optical fiber with a Ti doped gel film formed on the periphery and drawing the resulting preform with a Ti doped layer.

CONSTITUTION: The periphery of a quartz glass preform for an optical fiber is coated with a sol contg. Ti alkoxide and a Ti doped gel film is formed on the periphery. The preform with the gel film is heated to vitrify the film and the resulting preform with a Ti doped layer is drawn. An optical quartz fiber with a Ti doped layer is obtd.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]
[Date of sending the examiner's decision
of rejection]
[Kind of final disposal of application
other than the examiner's decision of
rejection or application converted
registration]
[Date of final disposal for application]
[Patent number]
[Date of registration]
[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]
[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]
[Date of extinction of right]

Copyright (C) ; 1998, 2000 Japan Patent Office

WEST☐ Generate Collection

L16: Entry 25 of 42

File: DWPI

Mar 2, 1992

DERWENT-ACC-NO: 1992-120447

DERWENT-WEEK: 199215

COPYRIGHT 2002 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Quartz optical fibre mfr. for high strength - by coating
preform of quartz glass with sol gel soln. of titanium alkoxide,
heat treating and wire drawing

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

CODE

SUMITOMO ELECTRIC IND CO

SUME

PRIORITY-DATA: 1990JP-0172596 (July 2, 1990)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

PAGES MAIN-IPC

JP 04065327 A

March 2, 1992

004

APPLICATION-DATA:

PUB-NO

APPL-DATE

APPL-NO

DESCRIPTOR

JP04065327A

July 2, 1990

1990JP-0172596

INT-CL (IPC): C03B 37/01; C03C 13/04; G02B 6/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP04065327A

BASIC-ABSTRACT:

Mfr. comprises coating outer periphery of preform for optical fibre of quartz glass, with sol-gel soln. contg. Ti alkoxide, to form Ti-doped gel film on surface of preform; heat-treating soln. coated preform to glassify gel film to obtain preform coated with Ti-doped layer; and wire-drawing obt'd. preform to obtain quartz optical fibre with Ti-doped coating. Pref the soln. is mixed soln. comprising Ti alkoxide of Ti(OR)₄, Si alkoxide of Si(OR)₄, alcohol, and water. Preform is coated with sol-gel soln. by dipping preform into soln.

USE/ADVANTAGE - High strength optical fibre.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: QUARTZ OPTICAL FIBRE MANUFACTURE HIGH STRENGTH
COATING PREFORM QUARTZ GLASS SOL GEL SOLUTION TITANIUM ALKOXIDE
HEAT TREAT WIRE DRAW

DERWENT-CLASS: L01 L03 P81 V07

CPI-CODES: L01-F03F1;

EPI-CODES: V07-F01A1; V07-F01A3A;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1992-056199

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1992-090013

⑫ 公開特許公報(A)

平4-65327

⑤Int. Cl.⁵ 識別記号 庁内整理番号 ⑬公開 平成4年(1992)3月2日
 C 03 B 37/016 8821-4G
 37/027 Z 8821-4G
 C 03 C 13/04 6971-4G
 // G 02 B 6/00 3 5 6 A 7036-2K
 審査請求 未請求 請求項の数 3 (全4頁)

⑭発明の名称 T i ドープ層付石英光ファイバの製造方法

⑯特 願 平2-172596

⑰出 願 平2(1990)7月2日

⑱発 明 者 伊 藤 真 澄 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内⑲発 明 者 横 田 弘 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内

⑳出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

㉑代 理 人 弁理士 伊 藤 稔

明 細 書

1. 発明の名称

T i ドープ層付石英光ファイバの製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 石英ガラス系からなる光ファイバ用プリフォームの外周に、チタンアルコキシドを含むゾルゲル液を、コーティングすることによりT i ドープゲル膜を形成し、加熱処理することにより該ゲル膜をガラス化してT i ドープ層付プリフォームとし、次いで線引することによりT i ドープ層付石英光ファイバを形成することを特徴とする、T i ドープ層付石英光ファイバの製造方法。

(2) 上記ゾルゲル液が、

一般式：

T i (CR)_n のチタンアルコキシド及び、

一般式：

S i (OR)_m のシリコンアルコキシド

(ただし、式中、Rは炭素数1～6の直鎖又は分枝鎖のアルキル基である。)と、

アルコール類と水からなる混合液であることを特徴とする、請求項(1)記載のT i ドープ層付石英光ファイバの製造方法。

(3) 上記ゾルゲル液のコーティングが、光ファイバ用プリフォームを該ゾルゲル液内に浸漬し、引き上げ、さらに必要に応じて加熱乾燥することにより行われることを特徴とする、請求項(1)又は(2)記載のT i ドープ層付石英光ファイバの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、光ファイバの製造方法の改良に関するものである。

より詳細には、本発明は、高強度のT i ドープ層付石英光ファイバを簡易に製造する方法に関するものである。

(従来の技術)

光ファイバを用いた光通信システムは、幹線中継系を中心に発展し、加入者網への拡張が計画さ

れている。そのために、光ファイバに要求される仕様がより高いものになっている。

光ファイバは、高湿度や高応力の存在下で長期間放置されると、その強度が徐々に低下することが知られている。これは、石英ファイバの疲労現象であり、石英ファイバ表面への水分の透過を防ぐことにより改良することができる。

例えば、光ファイバの疲労特性を向上する目的で、石英ファイバ表面にアルミニウム、鉛、錫などの金属を被覆したメタルコート光ファイバや、セラミック薄膜を被覆した光ファイバの試作検討が行われたが、コーティングプロセスの複雑さ、コーティング速度の遅さなどの問題があり、それらの光ファイバは一般に普及するに至らなかった。

最近では、カーボンコートファイバや、石英ガラスファイバ表面にチタンをドーブした光ファイバが良好な特性を有すると報告されている。

(発明が解決しようとする課題)

石英ガラスファイバの表面にチタンをドーブし

た光ファイバを作製する場合に、光ファイバ用プリフォーム表面にTiCl₄、SiCl₄などを原料としてスートを合成し、その後、ガラス化するという方法が一般的であるが、かなりの手数を要し、簡易に光ファイバの強度向上が図れない点に問題がある。

本発明は、僅かに工程数が増えるだけの簡易な手段により、高強度光ファイバが得られる方法を提供するものである。

(課題を解決するための手段)

本発明は、上記課題について種々研究・検討した結果、光ファイバ用プリフォーム表面にチタンなどをドーブさせるのに、Ti、Siなどを金属アルコキシドの形態で含ませたゾルゲル液でコーティングさせることにより、高強度の光ファイバを簡易に作製できることを見出し、本発明を完成させるに至った。

すなわち、本発明は；

① 石英ガラス系からなる光ファイバ用プリフォ

ームの外周に、チタンアルコキシドを含むゾルゲル液を、コーティングすることによりTiドーブゲル膜を形成し、加熱処理することにより該ゲル膜をガラス化してTiドーブ層付プリフォームとし、次いで繰引することによりTiドーブ層付石英光ファイバを形成する、Tiドーブ層付石英光ファイバの製造方法であり、そして、

② 上記ゾルゲル液が、

一般式：

Ti(OR)₄、のチタンアルコキシド及び、

一般式：

Si(OR)₄、のシリコンアルコキシド

(ただし、式中、Rは炭素数1～6の直鎖又は分枝鎖のアルキル基である。)と、

アルコール類と水からなる混合液である点にも特徴を有し、また、

③ 上記ゾルゲル液のコーティングが、光ファイバ用プリフォームを該ゾルゲル液内に浸漬し、引き上げ、さらに必要に応じて加熱乾燥することにより行われる点にも特徴を有するものである。

以下、本発明を具体的に説明する。

本発明の方法は、石英光ファイバ用プリフォームの外周に、チタンアルコキシド、シリコンアルコキシドなどの金属アルコキシドを含むゾルゲル液をコーティングして外周にゲル層を形成した後、ガラス化することにより得られた、Tiドーブ層付光ファイバ用プリフォームを繰引きすることから構成されることが必要である。

本発明に使用する石英光ファイバ用プリフォームは、SiO₂を主成分としていれば特に制限されないが、このプリフォームを製造するには、例えばCVD法、MCVD法、PCVD法、VAD法、OVDF法、ゾルゲル法、微小ファイバの集合体の半焼結による方法等が挙げられ、特に、VAD法、ゾルゲル法により作製されたものが好ましく使用できる。

本発明に使用するゾルゲル液は、光ファイバ用プリフォームにドーブさせるドーバント化合物として、チタンを主体とする金属のアルコキシド、

例えばチタンアルコキシド、シリコンアルコキシドを使用し、これを加水分解用の水及び均一溶液にするのに要する溶媒としてのアルコール類（エチルアルコールなど）、エーテル類等（ジメチルエーテル、メチルエチルケトンなど）の中の混合液として適用される。なお、該ゾルゲル液に塩酸などの酸性触媒を添加して加水分解を促進させてもよい。

本発明の金属のアルコキシドとしては、

一般式：

$Ti(OR)_4$ のチタンアルコキシドを主体とし、さらに、

一般式：

$Si(OR)_4$ のシリコンアルコキシド

（ただし、式中、Rは炭素数1～6の直鎖又は分枝鎖のアルキル基である。）とを組み合わせて用いることが好ましい。そして、上記金属アルコキシドを構成するアルキル基としては、例えばメチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル基などを挙げることができる。

に行うことができる。

（作用）

本発明は、ゾルゲル法という溶液プロセスを用いているために、プリフォーム表面へのコーティングが、従来法、例えばスート法に比較して容易である。

また、本発明においては、光ファイバ用プリフォーム外周表面のゲル層のガラス化に際し、その加熱温度が1200℃前後と比較的に低く、簡易な加熱炉で処理できる。この加熱処理温度が低い理由は、上記ゲル膜の粒子径が0.01μm程度と、従来のスート法の粒子径0.1μmよりかなり小さいため、加熱溶融温度が低くてすむ。

しかも、このようにして作製されたTiドープ層付プリフォームを線引きしたので、光ファイバ表面には、圧縮応力が残留し、ファイバの疲労特性および耐外傷性が著しく改善される。

実施例

石英光ファイバ用プリフォームの外周に、ゲル層を形成する方法は特に制限されないが、例えば上記ゾルゲル液内に石英光ファイバ用プリフォームを浸漬し、徐々に引き上げることにより、コーティング層を形成し、さらに必要に応じて加熱乾燥することにより行われる。

このゲル層は多孔質ガラスであり、本発明においては、このようにして製造されたゲル層をガラス化することが必要である。

このゲル層のガラス化は、酸素中や真空中やヘリウム中などの不活性雰囲気中で、1200℃前後の比較的に低い温度での加熱処理により行われ、この加熱処理により石英光ファイバ用プリフォームの表面にTiドープ層を持つ光ファイバ用プリフォームが得られる。

次に、このようにして得られたTiドープ層付プリフォームを線引き加工することが必要である。

この線引き加工は、例えば電気炉など既知の線引き炉内にこのTiドープ層付プリフォームを挿入し、これを線引き（紡糸）延伸することなどにより容易

以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、これは本発明の範囲を限定するものではない。

VAD法により常法に従って作製された石英ガラス系からなる光ファイバ用プリフォームを準備する。

次に、コーティング液として、以下の組成のものを準備した。

シリコンメトキシド1.000ml、チタンイソプロポキシド1.000mlに水880ml、エタノール3.000mlを加え、触媒として0.1Nの塩酸100mlを加え、30分間攪拌してコーティング液を作成した。

このコーティング液内に上記光ファイバ用プリフォームを浸漬し、引き上げ速度0.6mm/秒で引き上げることにより、均一なゲル膜をプリフォーム表面に形成した。

このゲル膜コーティング・プリフォームを、1200℃のヘリウム雰囲気中で1時間加熱処理してガラス化し、Tiドープ層付光ファイバ用プリフォームが得られた。

この光ファイバ用プリフォームを電気炉からなる線引き炉内に挿入し、これを2,000℃に加熱熔融して線引き速度100m/分で線引きすることにより、Tiドーブ層付光ファイバを得た。

この光ファイバのTiドーブ層を2次イオン質量分析法で分析したところ、Ti濃度は7重量%、厚さ0.2μmであった。

(発明の効果)

以上説明したように、本発明では、ゾルゲル法により容易に光ファイバ用プリフォーム表面にTiドーブ層をコーティングすることができ、それを線引きすることにより、高強度のTiドーブ層付光ファイバが容易に得ることができる。

代理人

伊 藤

